

ICS 11.120

CCS C23

团体标准

T/CACM ****—20**

中药材、中药饮片、土壤及水体中三嗪类除草剂扑草净 的快速检测 胶体金免疫层析法

Rapid detection of triazine herbicides prometryn in Chinese medicinal materials,
decoction pieces, soil and water—Colloidal gold immunochromatography method

（文件类型：公示稿）

（完成时间：2023 年 3 月）

20**-**-**发布

20**-**-**实施

中华中医药学会发布

目 次

前 言.....	III
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定语.....	1
4 原理.....	1
5 试剂和材料.....	2
6 仪器设备.....	2
7 检测步骤.....	3
8 结果判断.....	3
9 结果确证.....	4

前 言

本文件按照GB/T1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国医学科学院药用植物研究所提出。

本文件由中华中医药学会归口。

本文件起草单位：中国医学科学院药用植物研究所、北京中医药大学、北京市药品检验所、中国中药公司、上海市药材有限公司、无锡中德伯尔生物技术有限公司、盛实百草药业有限公司、山西振东制药股份有限公司、北京振东光明药物研究院有限公司、亳州市沪谯药业有限公司、北京园禾方圆植物科技股份有限公司、上海复振科技有限公司、北京鸿测科技发展有限公司。

本文件主要起草人：杨美华、孙晓波、骆骄阳、翟华强、郭洪祝、兰青山、李琦、罗长财、李刚、李安平、秦文杰、张洪坤、王其丰、孟宪军、曹丽娟、陈涌、徐涛、张连中、豆小文、王玉丹、郭梦月、秦家安、孔丹丹、张磊、赵祥升、张竞。

中药材、中药饮片、土壤及水体中三嗪类除草剂扑草净的快速检测 胶体金免疫层析法

1 范围

本标准描述了应用胶体金免疫层析技术对三嗪类除草剂扑草净(prometryn)进行快速定性检测的方法,包括快速检测的原理、试剂和材料、仪器设备、检测步骤、结果判断和结果确证。

本标准适用于中药材、中药饮片、土壤及水体中扑草净的快速检测胶体金免疫层析法,本标准检出限量为0.1 mg/kg(中药材、中药饮片、土壤)或0.005 mg/L(水体)。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成文本必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12998 水质 采样技术指导

GB/T 12999 水质采样 样品的保存和管理技术规定

GB 23200.11-2016 食品安全国家标准 桑枝、金银花、枸杞子和荷叶中413种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-质谱法

GB/T 36199 土壤质量 土壤采样程序设计指南

《中华人民共和国药典》通则0211 药材和饮片取样法

3 术语和定语

本文件中不含术语和定语。

4 原理

本方法采用竞争抑制免疫层析技术。样品中三嗪类除草剂扑草净经提取后与胶体金标记的特异性抗体结合,抑制抗体或检测卡中检测线(T线)上扑草净-蛋白偶联复合物的结合,从而导致检测线(T线)颜色强度的变化。通过检测线(T线)颜色显色与否,对样品中三嗪类除草剂扑草净残留进行定性判定。

5 试剂和材料

5.1 试剂

5.1.1 甲醇 (CH₃OH): 分析纯。

5.1.2 磷酸二氢钾 (KH₂PO₄): 分析纯。

5.1.3 十二水合磷酸氢二钠 (Na₂HPO₄·12H₂O): 分析纯。

5.1.4 氯化钠 (NaCl): 分析纯。

5.1.5 吐温-80 (Tween-80): 纯度不低于 96%。

5.1.6 卵清蛋白 (OVA): 纯度不低于 90%。

注: 除另有说明外, 所有试剂均为分析纯, 实验室用水应符合 GB/T 6682 中二级水的要求。

5.2 试剂配制

5.2.1 样品稀释液配制: 称取 KH₂PO₄ (5.1.2) 0.27 g, Na₂HPO₄·12H₂O (5.1.3) 3.58 g, NaCl (5.1.4) 0.8 g, 加水定容至 100 mL, 加入 100 μL Tween-80 (5.1.5), OVA (5.1.6) 2 g 轻轻混匀即得。

5.2.2 样品提取液: 甲醇 (5.1.1)。

5.2.3 扑草净胶体金免疫层析检测卡: 检出限为 0.1 mg/kg (中药材、中药饮片、土壤) 或 0.005 mg/L (水体)。

5.2.4 对照品: 扑草净对照品的中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、相对分子量见表 1, 纯度 ≥ 98%。

表 1 扑草净对照品的中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、相对分子量

中文名称	英文名称	CAS号	分子式	相对分子量
扑草净	prometryn	7287-19-6	C ₁₀ H ₁₉ N ₅ S	241.36

6 仪器设备

6.1 电子天平: 精度 0.01 g。

6.2 粉碎机。

6.3 振荡器。

6.4 超声仪。

6.5 离心机: 离心力不低于 2000 × g。

6.6 移液器: 0.5 mL ~ 5 mL, 100 μL ~ 1000 μL, 20 μL ~ 200 μL。

6.7 离心管：聚丙烯 PP，10 mL；聚丙烯 PP，2 mL。

7 检测步骤

7.1 样品准备

7.1.1 中药材及中药饮片取样按照《中国药典》四部 0211执行。

7.1.2 土壤取样按照 GB/T 36199 执行。

7.1.3 水体取样按照 GB/T 12998 与 GB/T 12999 执行。

注：在取样操作过程中，宜避免样品受到污染。

7.2 试样提取和净化

7.2.1 中药材、中药饮片、土壤样品：准确称量中药材及中药饮片（粉碎、过 50 目筛）、土壤样品（过 50 目筛除去大颗粒）各 1.0 g，分别加入 5.0 mL 甲醇（5.2.2）至 10 mL 离心管，振荡提取 1 min，超声（功率 250 W，频率 40 kHz）提取 5 min 后，5000 r/min 离心 5 min。分别吸取上清液 100 μ L 至 2 mL 离心管，各加入 400 μ L 样品稀释液（5.2.1）稀释，混匀，即得各待测溶液。

7.2.2 水样品：取水样品（过滤除去固体杂质）100 μ L 至 2 mL 离心管，加入 400 μ L 样品稀释液（5.2.1）稀释，混匀，即得待测溶液。

7.3 样品检测

将储藏于 4~30 $^{\circ}$ C，相对湿度小于 30%环境中的检测卡取出，水平静置，用移液器缓慢滴加（约 80 μ L）待测溶液至检测卡加样孔中，7~15 min 内对结果进行判定。

8 结果判断

8.1 检出限

本方法检出限为 0.1 mg/kg（中药材、中药饮片、土壤）或 0.005 mg/L（水体）。

8.2 有效性确认

质控线（C）不显色、过浅或弥散等，无论检测卡检测线（T）显色与否，检测卡均无效。

8.3 检测结果判定

8.3.1 应使用有效检测卡进行检测，目视判定结果见图 1。

8.3.2 阴性结果

检测线 (T) 显色 (+), 质控线 (C) 显色 (+), 判定为阴性, 表明样品中扑草净残留量低于方法检出限 (0.1 mg/kg)。

8.3.3 阳性结果

8.3.3.1 检测线 (T) 不显色 (-) 或显色极浅, 质控线 (C) 显色 (+) 时, 判定为阳性或疑似阳性, 表明样品中扑草净残留量高于方法检出限 (0.1 mg/kg)。

8.3.3.2 阳性样品或疑似阳性样品需进行重复检测三次, 以两次一致的结果为最终判定结果。

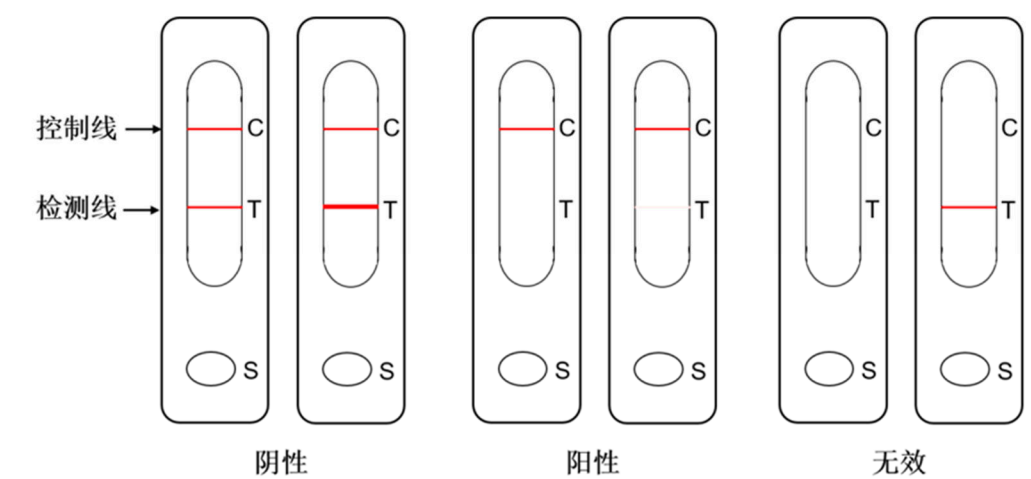


图 1 目视判定示意图

9 结果确证

当检测结果为阳性或疑似阳性时, 应对三嗪类除草剂扑草净 (prometryn) 结果进行液相色谱-质谱法测定, 按照 GB 23200.11-2016 执行。